

**PCT**ORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> : <b>B01D 9/00</b>	<b>A1</b>	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 00/56416</b> (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 28. September 2000 (28.09.00)
---	-----------	--

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE00/00747

(22) Internationales Anmeldedatum: 9. März 2000 (09.03.00)

(30) Prioritätsdaten:  
199 12 699.2 20. März 1999 (20.03.99) DE(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): DOMO  
CAPROLEUNA GMBH [DE/DE]; Am Haupttor, D-06236  
Leuna (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): SEIDEL, Birgit [DE/DE]; An  
der Kastanienallee 5, D-06254 Luppenau (DE). ULLRICH,  
Peter [DE/DE]; Eschengrund 18, D-06184 Zwintschöna  
(DE). ZEIBIG, Michael [DE/DE]; Strasse der OdF 6,  
D-06237 Spergau (DE). SCHMITT, Dieter [DE/DE]; Sach-  
senstrasse 2, D-06237 Leuna (DE).(74) Anwalt: SCHINKE, Herbert; Postfach 11 11, D-06235 Leuna  
(DE).(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB,  
BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,  
KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG,  
MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE,  
SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN,  
YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD,  
SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY,  
KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE,  
CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,  
NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,  
GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: METHOD FOR CONTROLLING CRYSTAL SIZE DURING CONTINUOUS MASS CRYSTALLISATION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR STEUERUNG DER KRISTALLGRÖSSE BEI DER KONTINUIERLICHEN  
MASSENKRISTALLISATION

(57) Abstract

The invention relates to a method for controlling the crystal size during continuous mass crystallisation, especially with ammonium sulphate. According to said method, seed products are added, the seed product being produced independently of the current crystallisation process in terms of its parameters. The average grain size of the solid form of the seed product is 0.1 to 1.0 mm and is smaller than that of the desired crystallisate. The solid form of the seed product is produced from different technological sub-streams in the given grain size range, independently of the main crystallisation process. The temperature of the seed product when it is added is up to 40 °C, preferably 10 to 30 °C lower than the process temperature in the crystalliser and all other materials that are supplied or returned to the crystalliser are free of solids. By controlling the parameters of the seed product it is possible to influence the grain size distribution of the end product and significantly reduce the fluctuations in the distribution of the grain size of the end product. The method can be carried out with discontinuous or continuous addition of the seed product.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Steuerung der Kristallgrösse bei der kontinuierlichen Massenkristallisation, insbesondere bei Ammoniumsulfat. Erfindungsgemäss gelingt dies durch ein Verfahren mit Zugabe von Impfprodukten, wobei das Impfprodukt in seinen Parametern unabhängig vom aktuellen Kristallisationsprozess hergestellt wird, der mittlere Korndurchmesser des Feststoffes der Impfprodukte 0,1 bis 1,0 mm beträgt und kleiner als der des gewünschten Kristallisates ist, der Feststoff des Impfproduktes unabhängig vom Hauptprozess der Kristallisation aus verschiedenen technologischen Teilströmen im angegebenen Korngrössenbereich erzeugt wird, die Temperatur des Impfproduktes bei der Zugabe bis zu 40 °C, vorzugsweise 10 bis 30 °C, niedriger als die Prozesstemperatur im Kristallisator und alle anderen Einspeisungen und Rückführungen in den Kristallisator feststofffrei sind. Über die Steuerung der Parameter des Impfproduktes werden die Korngrössenverteilung des Endproduktes beeinflusst und die Schwankungen in der Korngrössenverteilung des Endproduktes deutlich vermindert. Das Verfahren kann sowohl bei diskontinuierlicher, als auch bei kontinuierlicher Zugabe des Impfproduktes durchgeführt werden.